



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2006114216/15, 25.04.2006

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
25.04.2006

(45) Опубликовано: 10.12.2007 Бюл. № 34

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2106298 C1, 10.03.1998. RU 2074109
C1, 27.02.1997. SU 180936 A1, 21.05.1966. GB
968590 A, 02.09.1964. FR 2715169 A1,
21.07.1995. US 4322395 A, 30.03.1982. US
5688320 A, 18.11.1997. КОСОЛАПОВА Т.Я. и др.,
Неметаллические тугоплавкие соединения, М.:
Металлургия, 1985, с.117-129.

Адрес для переписки:

620002, г.Екатеринбург, ГОУ ВПО "УГТУ-УПИ",
Центр интеллектуальной собственности, Т.В.
Марксу

(72) Автор(ы):

Афонин Юрий Дмитриевич (RU),
Бекетов Аскольд Рафаилович (RU),
Анипко Алла Владимировна (RU),
Малков Вячеслав Борисович (RU),
Черепанов Александр Николаевич (RU),
Шульгин Борис Владимирович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

ГОУ ВПО "Уральский государственный
технический университет - УПИ" (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НИТЕВИДНОГО НИТРИДА АЛЮМИНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение может быть использовано для
получения нитевидных кристаллов нитрида
алюминия, пригодных для изготовления сенсорных
зондов на кантилеверах атомно-силовых
микроскопов. Способ получения нитевидного
нитрида алюминия включает пропускание через
нагретый алюминий газообразных реагентов в виде
галогенидов алюминия (III) и азота и последующую
конденсацию конечного продукта. Подачу
галогенида алюминия (III) осуществляют со
скоростью на уровне 0,1-6 см³/мин на каждый 1 см²
поверхности конденсации. Конденсацию ведут на
подложке из чистого графита. Изобретение
позволяет получить нитрид алюминия в виде
кристалловолокон с отношением длины к диаметру

более 200-300. 3 ил.



Фиг. 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(19) **RU** (11) **2 312 061** (13) **C1**

(51) Int. Cl.

C01B 21/072 (2006.01)

C30B 29/38 (2006.01)

C30B 29/62 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: **2006114216/15, 25.04.2006**

(24) Effective date for property rights: **25.04.2006**

(45) Date of publication: **10.12.2007 Bull. 34**

Mail address:

**620002, g.Ekaterinburg, GOU VPO "UGTU-UPI",
Tsentr intellektual'noj sobstvennosti, T.V. Marksu**

(72) Inventor(s):

**Afonin Jurij Dmitrievich (RU),
Beketov Askol'd Rafailovich (RU),
Anipko Alla Vladimirovna (RU),
Malkov Vjacheslav Borisovich (RU),
Cherepanov Aleksandr Nikolaevich (RU),
Shul'gin Boris Vladimirovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**GOU VPO "Ural'skij gosudarstvennyj
tekhnicheskij universitet - UPI" (RU)**

(54) METHOD FOR PREPARING THREADLIKE ALUMINUM NITRIDE

(57) Abstract:

FIELD: chemical technology.

SUBSTANCE: method for synthesis of threadlike aluminum nitride involves passing gaseous reagents as aluminum (III) halides and nitrogen through heated aluminum and the following condensation of the end product. Aluminum (III) halide is fed at the level rate $0.1-6 \text{ cm}^3/\text{min}$ per 1 cm^2 of the condensation surface. Condensation is carried out on backing made of pure graphite. Invention provides synthesis of aluminum nitride as crystal fibers showing the ratio value of length to diameter above 200-300. Invention can be used for synthesis of threadlike aluminum nitride crystals useful in making sensor probes in cantilevers of atomic-power microscopes.

EFFECT: improved method of synthesis.

3 dwg, 2 ex



Фиг. 1

Изобретение относится к химической технологии получения соединений алюминия, а именно к технологии получения нитевидного нитрида алюминия AlN в виде нитевидных кристаллов, пригодных для изготовления сенсорных зондов на кантилеверах атомно-

силовых микроскопов, применяемых при исследовании морфологии и топографии

поверхности, адгезионных и механических свойств элементов микроэлектроники, объектов нанобиотехнологий и особо при высокотемпературных измерениях в нанометаллургии. Нитрид алюминия AlN относится к числу веществ с уникальным сочетанием свойств, он характеризуется высокой термостойкостью, высокой теплопроводностью и одновременно

высоким электросопротивлением, что обеспечивает его успешное применение в микроэлектронике (Т.Я.Косолапова, Т.В.Андреева, Т.Б.Бортницкая и др. Неметаллические тугоплавкие соединения. - М.: Metallurgia, 1985. 285 с.). Известны способы получения нитрида алюминия AlN высокотемпературным (1300-1700°C) карботермическим восстановлением чистого оксида алюминия в атмосфере азота (заявка Великобритании №2233969, МПК C01B 21/072, опубл. 23.01.91; заявка Японии №3-48123, МПК C01B 21/072, опубл. 23.07.91). Однако с помощью этого способа получают порошкообразные или керамические образцы AlN. Нитевидные кристаллы AlN таким способом не получают.

Известен способ получения кристаллов нитрида алюминия совместно с монокристаллом фторидов металлов (Патент США №4172754, МПК C01B 21/06, опубл. 10.08.71). Однако таким способом можно получить только мелкодисперсные порошки. Нитевидные кристаллы AlN таким способом получить нельзя.

Известен способ получения волокон нитрида алюминия спеканием смеси алюминийсодержащего соединения, полимерного органического вещества, углеродсодержащего и/или азотсодержащего соединения. Процесс ведут в неокислительной атмосфере, содержащей азот (Заявка Франции №2647436, МПК C04B 35/38, опубл. 30.11.90). Однако волокна имеют очень малое отношение длины волокна к диаметру, не более 10-50.

Известен способ получения игольчатого нитрида алюминия, включающий продувку нагретой до 950-1000°C алюминиевой пудры смесью аргона и аммиака при дозированной подаче последней, что обеспечивает образование и рост игольчатых кристаллов нитрида алюминия на поверхности алюминиевых частиц. Однако известная технология требует контроля полноты протекания реакции. Кроме того игольчатые кристаллы AlN, получаемые известным способом, загрязнены металлическим алюминием и теряют свои уникальные свойства.

Наиболее близким к заявляемому является способ (патент РФ №2106298, МПК C01B 21/072, опубл. 10.03.98, бюл. №7), включающий пропускание через нагретый алюминий газообразных реагентов с регулируемой скоростью и последующую конденсацию конечного продукта, при этом в качестве газообразных реагентов используют галогениды алюминия (III) и азот, скорость подачи галогенида алюминия (III, трехвалентный алюминий) поддерживают на уровне 0,1-0,6 см³/мин на каждый 1 см² поверхности конденсации, а конденсацию ведут на подложке из компактного поликристаллического нитрида алюминия.

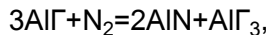
Известный способ обеспечивает получение нитрида алюминия в виде волокон с соотношением длины к диаметру более 100. Однако подложка из поликристаллического нитрида алюминия создает огромное число зародышей кристаллов AlN и они образуют комкообразные слои мягких нитей в виде войлока или ваты, элементы которых не пригодны из-за своей «вялости» и короткой длины для использования в качестве сенсорных зондов на кантилеверах атомно-силовых микроскопов.

Задачей настоящего изобретения является обеспечение технологии получения нитрида алюминия в виде упругих кристалловолокон с повышенным отношением длины к диаметру (более 200-300).

Поставленная задача решается за счет того, что в способе, включающем пропускание через нагретый алюминий галогенидов алюминия (III) и азота со скоростью подачи галогенидов алюминия (III) на уровне 0,1-6,0 см³/мин на каждый 1 см² поверхности

конденсации, конденсацию ведут на подложке из чистого графита.

Сущность способа заключается в следующем. Галогенид алюминия, например AlCl_3 испаряли в отдельном реакторе, пары подавали в ванну, наполненную жидким алюминием, при температуре, достаточной для образования субгалогенида алюминия, например AlCl , AlF , или выше, газообразный субгалогенид поступает в пространство над ванной жидкого алюминия и подложкой из чистого графита. В то же пространство подают азот в соотношении 1:1,2 и выше относительно галогенида алюминия. На поверхности подложки идет реакция



где Г - галогенид алюминия.

Нитрид алюминия образуется на активных центрах графитовой подложки в виде нитевидных кристалловолокон, хорошо разделенных относительно друг друга, формируемых в виде зарослей жестких травинки (фиг.1), совершенно отличных от войлочных или ватных образцов, получаемых по известному методу.

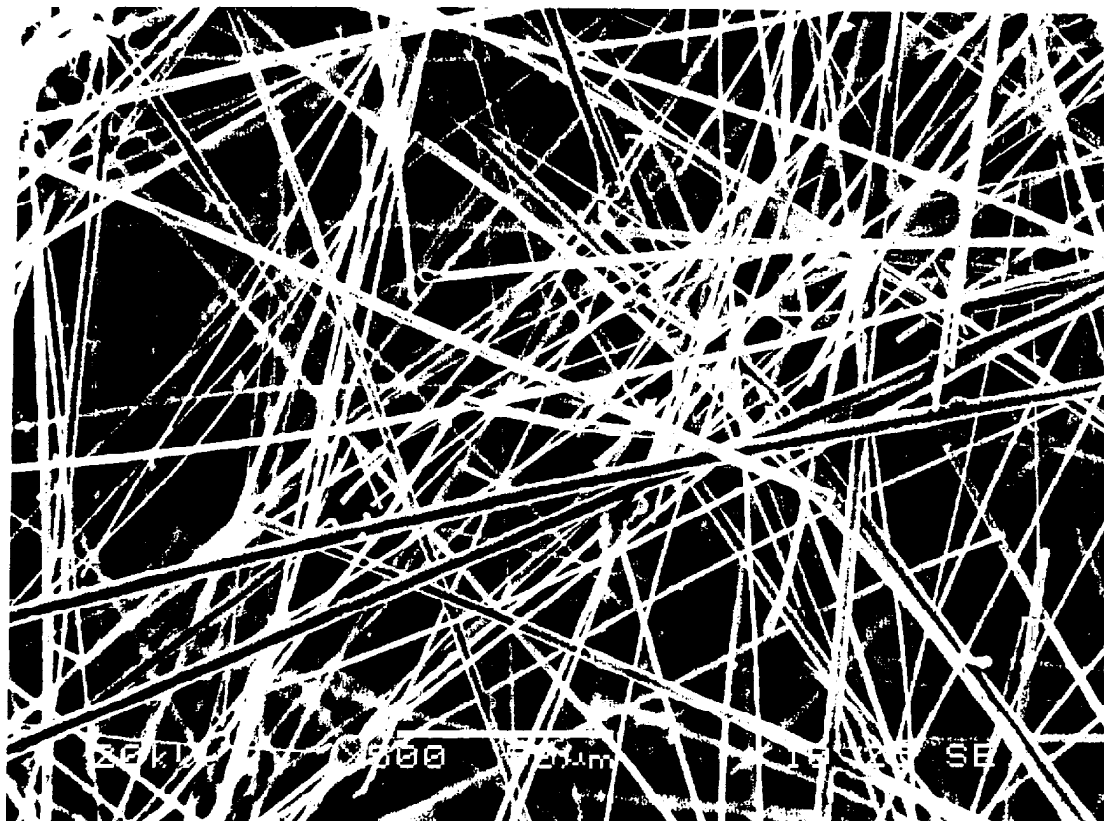
Способ иллюстрируется следующими примерами выполнения.

Пример 1. Трихлорид алюминия испаряли при температуре 195°C , пары подавали в ванну жидкого алюминия при температуре 1150°C . Над поверхностью ванны устанавливали пластинку из чистого графита диаметром 36 мм. Расход трихлорида составил $1,5 \text{ см}^3/\text{мин}$. В пространство между поверхностью ванны и графитовой пластины подавали азот со скоростью $22 \text{ см}^3/\text{мин}$. Продолжительность опыта составляла 1 час 40 мин. На поверхности графитовой пластины сформировался слой кристалловолокон в виде «кучи жесткой соломы» толщиной 5-6 мм. Рентгенофазовый анализ показал, что эта «куча соломы» состоит из нитрида алюминия. Снимки, полученные с помощью сканирующего электронного микроскопа JEOL JSM-5900 LV, показали, что нитрид алюминия представлен в виде нитевидных кристаллических волокон с соотношением диаметра к длине выше 400-500, что представлено на фиг.2.

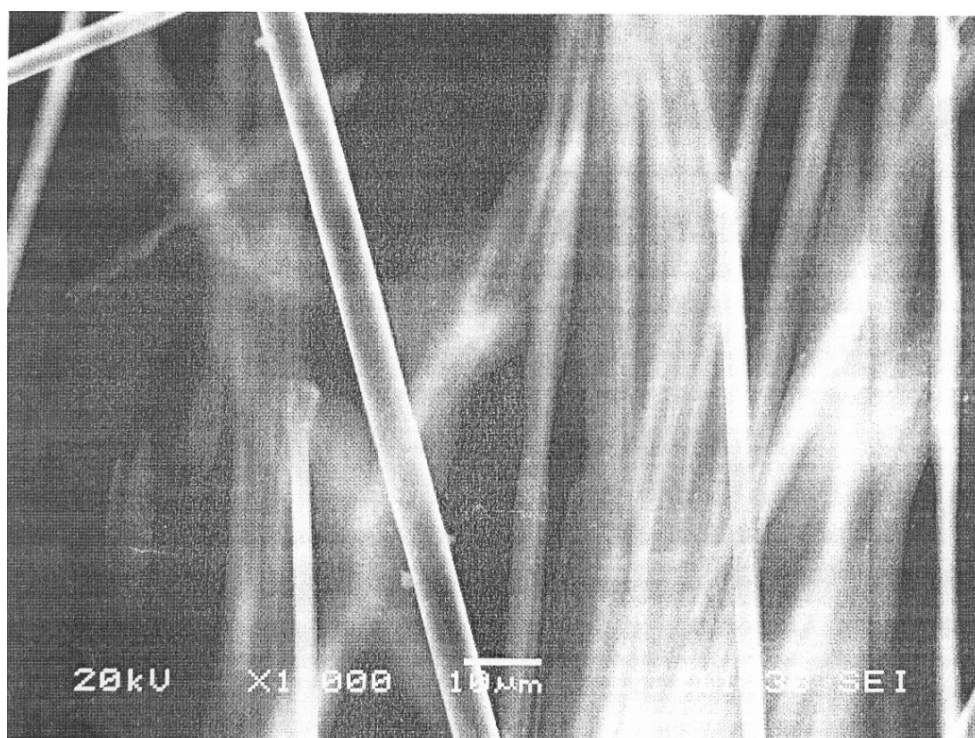
Пример 2. Трифторид алюминия испаряли при температуре 1280°C , пары подавали в ванну жидкого алюминия при температуре 1250°C . Над поверхностью ванны устанавливали пластину из чистого графита диаметром 36 мм. Расход трифторида составлял до $6 \text{ см}^3/\text{мин}$. В пространство между поверхностью ванны и графитовой пластиной подавали азот со скоростью $23 \text{ см}^3/\text{мин}$. Продолжительность опыта составляла 3,5 часа. На поверхности диска сформировался слой из волокон в виде «кучи соломы», край которой похож на «иголки ежика или дикобраза». Рентгенофазовый анализ показал, что эта «куча соломы» представляет собой нитрид алюминия в виде нитевидных кристалловолокон. Снимки этих кристалловолокон, полученные на электронном микроскопе JEOL JSM-5900 LV, приведены на фиг.3. Выделен фрагмент, где представлен оконечный участок волокна толщиной (диаметром) 2,9 мкм, заканчивающийся острием порядка 60 нм. Такие кристалловолокна пригодны для использования в качестве зондов на кантилеверах атомно-силовых микроскопов.

Формула изобретения

Способ получения нитевидного нитрида алюминия, включающий пропускание через нагретый алюминий газообразных реагентов в виде галогенидов алюминия (III) и азота и последующую конденсацию конечного продукта, при этом подачу галогенида алюминия (III) осуществляют со скоростью $0,1-6 \text{ см}^3/\text{мин}$ на каждый 1 см^2 поверхности конденсации, отличающийся тем, что конденсацию ведут на подложке из чистого графита.



Фиг. 2



Фиг. 3



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ИЗВЕЩЕНИЯ К ПАТЕНТУ НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

ММ4А - Досрочное прекращение действия патента СССР или патента Российской Федерации на изобретение из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

(21) Регистрационный номер заявки: **2006114216**

Дата прекращения действия патента: **26.04.2008**

Извещение опубликовано: **27.12.2009** БИ: **36/2009**

RU 2 312 061 C1

RU 2 312 061 C1